

工业废水中 Cr^{6+} 的测定

本文介绍了一种测定 Cr^{6+} 的方法——磷酸三丁酯 (TBP) 萃取法,即用萃取剂 (TBP) 萃取工业废水中的 Cr^{6+} ,然后分取有机相,再向有机相中直接加入二苯碳酰二肼,用 72 型分光光度计测定溶液的吸光度。

一、仪器与试剂

仪器 72 型分光光度计

试剂 磷酸三丁酯, 1% 二苯碳酰二肼丙酮溶液, 硫酸 (1:1), 浓盐酸, 1.0 微克/毫升六价铬标准溶液 (分析纯或优级纯)。

二、分析步骤

取 50 毫升工业废水,置于 150 毫升分液漏斗中。另取 150 毫升分液漏斗,分别加入六价铬标准溶液 (1ppmCr^{6+}) 0、0.20、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 及 10.00 毫升,用水稀释至 50 毫升。然后向各分液漏斗中分别加 2 毫升浓盐酸, 10 毫升磷酸三丁酯,振荡 5 分钟,放置 30 分钟后,弃去水相。分别向各有机相中加入 0.4 毫升硫酸 (1:1) 及 0.6 毫升 1% 二苯碳酰二肼丙酮溶液,振荡放置 1 小时,在 540 毫微米波长处,测定各有机相的光密度,绘制工作曲线,从中查出工业废水中六价铬的含量。

三、条件试验

1. 盐酸浓度 用磷酸三丁酯萃取 Cr^{6+} 之前所加的浓盐酸量对 Cr^{6+} 的萃取率有决定作用。通过实验证明被测溶液中的盐酸浓度在 0.1~1N 时萃取率最高。

2. 水相与有机相 (10 毫升 TBP) 体积比 取标准溶液 10 毫升 (1ppm Cr^{6+}), 分别加入分液漏斗中,用蒸馏水稀释至 25、50、100、200、300 毫升,然后按分析步骤测定,其光密度的变动系数不超过 2%, 并且水相与磷酸三丁酯的体积比在 25—300:10 范围内的光密度不变。

3. 显色时间和稳定性 取 50 毫升水,其中含有 10 毫升 1ppmCr^{6+} 标准溶液,加入 10 毫升 TBP 萃取剂,萃取后加入呈色剂,冬季 (室温 10°C 左右) 呈色反应较慢, 1 小时后呈色稳定。夏季 (室温 22°C) 40 分钟后即呈色稳定,四小时后呈色仍然稳定。

4. 干扰离子 分液漏斗中加入 10 毫升 (1ppm) Cr^{6+} 标准溶液及其他干扰离子,各种离子的存在量分别是: 3000 微克 Pb^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Zn^{2+} , 及 Cr^{3+} ; 2000 微克 Mo^{6+} ; 1000 微克 Fe^{3+} 。用蒸馏水稀释至 50 毫升,按分析步骤测定。

5. Cr^{6+} 的回收率 为验证本方法的可靠性和适用范围,取混浊或带有颜色的废水作 Cr^{6+} 的回收试验 (见表 1)。

表 1 带色废水中 Cr^{6+} 的回收率

样 品	Cr^{6+} 加入量 (μg)	测定值 (μg)	Cr^{6+} 的回收 (μg)	回收率 (%)	外观
1 号含铬废水	0	34.0	—	—	混浊
1 号含铬废水	10.0	44.0	10.0	100	混浊
1 号含铬废水	10.0	44.3	10.3	103	混浊
1 号含铬废水	10.0	43.9	9.9	99	混浊
2 号含铬废水	0	53.0	—	—	淡黄色
2 号含铬废水	10.0	63.2	10.2	102	淡黄色
2 号含铬废水	10.0	62.8	9.8	98	淡黄色
2 号含铬废水	10.0	63.1	10.1	101	淡黄色

四、结论

用磷酸三丁酯 (TBP) 测定工业废水中的六价铬时,回收率可达 98~103%, 最低检出量为 0.2 微克。若取 50 毫升水样时,最低标出浓度可达 0.004 毫克/升。和二苯碳酰二肼比色法相比较,免去了繁杂的混酸消化和去除 Fe^{3+} 、 Hg^{2+} 等干扰离子的程序。适合于在混浊或带有颜色的工业废水中测定六价铬。

(延边卫生防疫站 池东淳 韩钟锡 供稿)